

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-30357  
(P 2002-30357 A)  
(43) 公開日 平成14年1月31日 (2002.1.31)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード (参考)
C22B 11/02		C22B 11/02	2G043
3/44		9/10	2G055
9/10		G01N 21/73	4G048
11/00		33/20	K 4K001
G01N 21/73		C01G 55/00	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全4頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2000-213964 (P 2000-213964)	(71) 出願人	000183303 住友金属鉱山株式会社 東京都港区新橋5丁目11番3号
(22) 出願日	平成12年7月14日 (2000.7.14)	(72) 発明者	小林 和範 愛媛県新居浜市西原町3-5-3 住友金属鉱山株式会社社内別子事業所分析センター内
		(72) 発明者	山本 文隆 愛媛県新居浜市西原町3-5-3 住友金属鉱山株式会社社内別子事業所分析センター内
		(74) 代理人	100087583 弁理士 田中 増顕

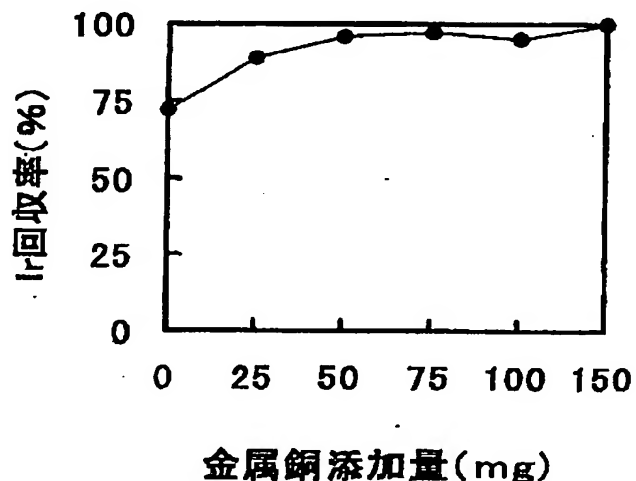
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 イリジウム、ルテニウム、ロジウムの分離方法およびこれらの一括定量方法。

(57) 【要約】

【目的】 イリジウム、ルテニウム及びロジウムを簡便に、また、同時に分離して分析するための方法を提供する。

【構成】 イリジウム、ルテニウム及びロジウムを含む試料に、これら元素に対する捕集剤として所定量の金属銅粉や金属銅粒を添加して混合して混合物を得、混合物を坩堝に入れアルカリ合剤を加えて混合物を加熱溶融（アルカリ溶融）し、冷却して得られた溶融物を温水で溶解して溶解液を得、該溶解液にエタノールを添加して沈殿を発生させ、固液分離して沈殿物を得る。次いで、沈殿物を王水で溶解して溶解液を得、得た溶液中のイリジウム量、ルテニウム量、及びロジウム量を誘導結合プラズマ発光分析法により求め、この値より試料中のイリジウム、ルテニウム、及びロジウムの品位を求める。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 イリジウム、ルテニウム及びロジウムを含む試料に、これら元素に対する捕集剤として所定量の金属銅粉や金属銅粒を添加して混合して混合物を得、混合物を坩堝に入れアルカリ合剤を加えて混合物を加熱溶融（アルカリ溶融）し、冷却して得られた溶融物を温水で溶解して溶解液を得、該溶解液にエタノールを添加して沈殿を発生させ、固液分離してイリジウム、ルテニウム、ロジウムを含む沈殿物を得ることを特徴とするイリジウム、ルテニウム、及びロジウムの分離方法。

【請求項2】 イリジウム、ルテニウム及びロジウムを含む試料に、これら元素に対する捕集剤として所定量の金属銅粉や金属銅粒を添加して混合して混合物を得、混合物を坩堝に入れアルカリ合剤を加えて混合物を加熱溶融（アルカリ溶融）し、冷却して得られた溶融物を温水で溶解して溶解液を得、該溶解液にエタノールを添加して沈殿を発生させ、固液分離して沈殿物を得、次いで該沈殿物を王水で溶解して溶解液を得、得た溶液中のイリジウム量、ルテニウム量、及びロジウム量を誘導結合プラズマ発光分析法により求め、この値より試料中のイリジウム、ルテニウム、及びロジウムの品位を求めることを特徴とするイリジウム、ルテニウム、ロジウムの一括定量方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、イリジウム、ルテニウム及びロジウムの分離方法および一括定量分析方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 これまでイリジウム、ルテニウム及びロジウムの定量はアルカリ溶融後試料中に含まれる他の元素からロジウムはセレン捕集法、イリジウム及びルテニウムはエタノール還元法により還元して沈殿物を得、この沈殿物を王水溶解し、得た溶液中の目的金属濃度を誘導プラズマ発光分光分析法により求めることにより行っていた。しかし、前述のようにロジウムとイリジウム及びルテニウムの分離方法が異なっており、それらを同時に分離できないため、分離に長時間を要していた。また既知量の目的元素を追加し、回収率を確認し定量操作の

表1

金属銅 添加無し 添加有り	I r	回 収 率 (%)	
		R u	R h
	61.2	64.8	99.0
	98.8	97.5	98.7

【0009】 表1から明らかなように、金属銅を添加すれば、全ての目的元素について90%以上の回収率が得られており、表1の結果は本発明の優位性を示しているといえる。

【0010】 また、図1は金属銅の添加量と、イリジウムの回収率の関係を示した図である。なお、用いた試料は

良否を判断するが、回収率が低い場合があり、その場合は再度分析する必要があった。

【0003】 そこで、アルカリ溶融し得た溶液中のイリジウム、ルテニウム及びロジウムを高い回収率で一括分離し、分析する方法の開発が強く望まれていた。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、このような状況を解決するためになされたものであり、イリジウム、ルテニウム及びロジウムを簡便に、また、同時に分離して分析するための方法の提供を課題とする。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するための本発明の方法は、イリジウム、ルテニウム及びロジウムを含む試料に、これら元素に対する捕集剤として所定量の金属銅粉や金属銅粒を添加して混合して混合物を得、混合物を坩堝に入れアルカリ合剤を加えて混合物を加熱溶融（アルカリ溶融）し、冷却して得られた溶融物を温水で溶解して溶解液を得、該溶解液にエタノールを添加して沈殿を発生させ、固液分離して沈殿物を得、次いで該沈殿物を王水で溶解して溶解液を得、得た溶液中のイリジウム量、ルテニウム量、及びロジウム量を誘導結合プラズマ発光分析法により求め、この値より試料中のイリジウム、ルテニウム、及びロジウムの品位を求めるものである。

## 【0006】

【発明の実施の形態】 本発明の方法において、最も重要な点は捕集剤として金属銅を添加することである。よって、本発明の方法では金属銅の添加量が重要となる。以下検討例を用いて説明する。

【0007】 下記の表1は試料0.50gに対して金属銅を0.10g添加して、本発明の方法に従って定量したときの各目的元素の回収率と、金属銅を添加せずに同一操作で定量したときの各目的元素の回収率を示した表である。なお、回収率は、各目的元素を既知量試料に添加して定量した時の値と、未添加で定量したときの値との差と、添加量との割合を示したものであり、定量方法の適性度の重要な指標となる。

## 【0008】

0.50gであり、この試料のインジウム品位は100ppmとなっている。図1に示されるように、金属銅添加量が50mg以上となると、I rの回収率が良好になる。従って、金属銅の添加量は50mg以上が望ましい。

## 【0011】

【実施例】 次に本発明の実施例について述べる。

(実施例1) 本発明の方法をイリジウム、ルテニウム及びロジウムの分析に応用した例を述べる。未知量のイリジウム、ルテニウム、ロジウムを含む試料を0.5g秤取り、アルミナ坩堝に入れ、これに細断した金属銅辺100mgを加え、アルカリ合剤（過酸化ナトリウムと炭酸ナトリウムの1:1混合物）5gを加え、坩堝ごと電気炉に入れ、800°Cで約1時間保持した。その結果、坩堝内の固形物は全て融解し、均一な融体となった。

【0012】その後、坩堝を電気炉から取り出して放冷した。次に、このアルミナ坩堝を、アルミナ坩堝ごとピーカに入れ、ピーカ内に温水150mlを加えて融解物を溶解した。ピーカ内よりアルミナ坩堝を取り出し、アルミナ坩堝を水洗した。この水洗液を上記ピーカ内に加え、次

表2

	各元素の濃度 (ppm)		
	I r	R u	R h
試料No. 1-1	5.7	25.2	42.5
1-2	6.4	24.4	41.6
試料No. 2-1	12.0	4.8	17.0
2-2	13.0	4.2	17.1

【0016】この表2から明らかなように、イリジウム、ルテニウム、ロジウムの品位が数ppmの場合は、分析精度は±0.1ppm程度となる。このように上記した実施例によれば、簡便な方法で固体試料中からイリジウム、ルテニウム及びロジウムを精度よく一括して定量することが可能となる。

【0017】

【発明の効果】以上述べたように、本発明では、銅を共

いで市販の試薬一級エタノールを2ml加えて攪拌して手早く還元反応を終了させた。

【0013】次いで、生成した沈殿を手早くろ別し、ろ別して得た沈殿物を元のピーカに移し、王水25mlを加え加熱溶解した。その後、誘導結合プラズマ発光分析装置により得られた溶液中のイリジウム、ルテニウム、ロジウムの濃度を求め、その値より試料中のイリジウム、ルテニウム、ロジウムの品位を求めた。その結果を表2に示す。

【0014】なお、表2にはそれぞれ品位の異なる試料1と2とを用いて、それぞれ2回分析した結果を示す。

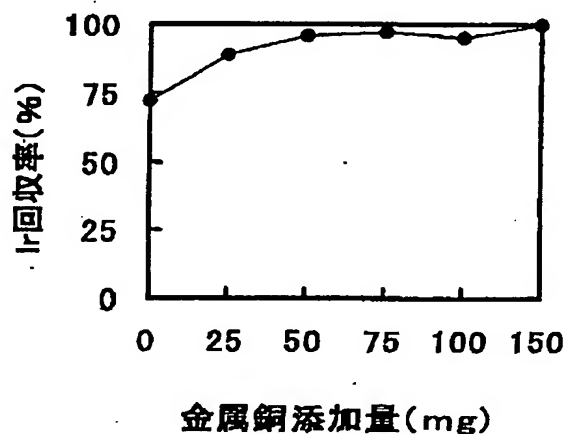
【0015】

沈剤として用いることにより、多くの、共存元素を含有する溶液中のイリジウム、ルテニウム、ロジウムを一括して確実に還元し沈殿とすることが可能である。よって、本発明によれば、これらの元素を同時に精度良く定量することが可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は金属銅添加量とイリジウムの回収率の関係を示した図である。

【図1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>  
33/20  
// C01G 55/00

識別記号

F I  
C22B 3/00  
11/04

テーマコード (参考)

T

Fターム(参考) 2G043 AA01 BA01 CA03 DA02 EA08  
GA07 GB07 GB21  
2G055 AA01 BA01 CA01 DA02 EA02  
EA05 EA10 FA02 FA05 FA09  
4G048 AA01 AB08 AE05  
4K001 AA09 AA41 CA02 DA05 DA14  
DB06 DB07 HA11 KA13